

用反吹技术提高柱效和延长柱寿命

应用摘要

Chin-Kai Meng

所有行业

在以前发表的应用^[1]中介绍了一次进样可以同时采集多个GC信号和MS信号，色谱柱的末端加一个3路分流器，使从柱子中流出的组分按比例将2份分流到气相色谱的检测器，一份分流到MSD。这种采集多个信号的配置可以使我们得到用于谱库检索的全扫描信号、用于定量的SIM信号以及在复杂样品中得到选择性好、灵敏度高的元素选择检测器数据。

仪器：7683ALS, 7890A GC (配置分流/不分流进样口、3路分流器、 μ ECD和DFPD) 以及5975C MSD检测器。图1为牛奶提取液一次进样同时得到的4种色谱图，具有同步SIM/scan功能的5975C MSD提供用于定性的全扫描数据和和用于定量分析的SIM数据，不需要分光过滤器而提供P和S元素信号的DFPD检测器。

由图1中全扫描TIC图可知：基质色谱峰主要在32 min以后才出现，通常设定一个程序升温而清除分析样品后残留在柱中的残留物，在这期间必须应用后运行模式来快速清除柱中残留杂质以便下一个样品的进样。因此，通常用比分析时的柱温更高的

要点

- 反吹 – 一种在低温下从柱中快速清除高沸点物质的技术，从而缩短分析时间，延长色谱柱使用寿命。
- 280 °C反吹7 min和320 °C高温烘烤33 min，其清除柱中污染物效果一样，但可缩短分析时间30%以上。
- 应用反吹技术，可防止柱流失组分和高分子残留物进入MSD检测器，从而降低离子源的污染。

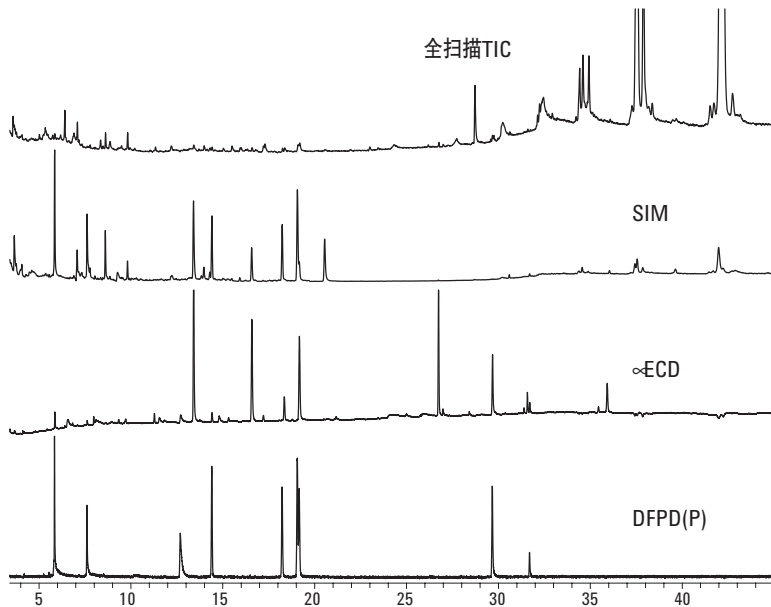


图1. 牛奶提取液同一次进样的4种色谱图

温度来作为后运行条件来清除柱中残留物，这将延长分析时间，缩短色谱柱的使用寿命。在对牛奶提取液的分析中，目标物质峰在42 min内就可以全部出来，但采用后运行程序在72 min内仍可观察到大的基质峰，这就是说，分析每个样品都要多出30 min。

反吹^[2]是通过反向吹扫色谱柱清除靠近进样口柱末端残留物的方法大大降低运行时间的一种简单技术，残留物停留在进样口柱端，直到温度足够高时才进入柱内通过色谱柱。应用反向吹扫技术可以在残留物进入柱内之前，可以将他们在较低温度和较短时间就将其从色谱柱进样口端清除而不进入柱内。

反吹技术有很多的好处：

- 缩短运行时间（没有用烘烤，不需要低温冷却）
- 减少柱流失，延长柱寿命（没有高温烘烤）
- 消除鬼峰（没有高沸点物质进入下一次运行过程）
- 减少污染物进入检测器，特别是对MSD非常有利（减少离子源污染）

图2为Agilent 7890A GC/5975C MSD分析3种情况下的总离子流图，上部色谱图为牛奶提取液分析中，目标化合物峰在42 min内就可以全部流出（程序升温至280 °C），但要在320 °C后运行33 min才能将所有残留物从柱中清除，这部分时间几乎和样品的分析时间一样多。中间色谱图为采用反吹技术分析相同的牛奶提取液，在280 °C后运行7 min反吹。底部色谱图为采用反吹技术完成分析后运行的一个空白，空白表明反吹后色谱柱非常干净。这个实验表明，应用7 min反吹技术即可使色谱柱很干净，相当于烘烤33 min时的效果。

图2表明：采用反吹技术分析牛奶提取液，可缩短分析时间和减少柱流失，柱温在280 °C时可缩短超过30%的分析时间，而不用升高柱温至320 °C。反吹技术需要柱馏分分流器和快速转换器。

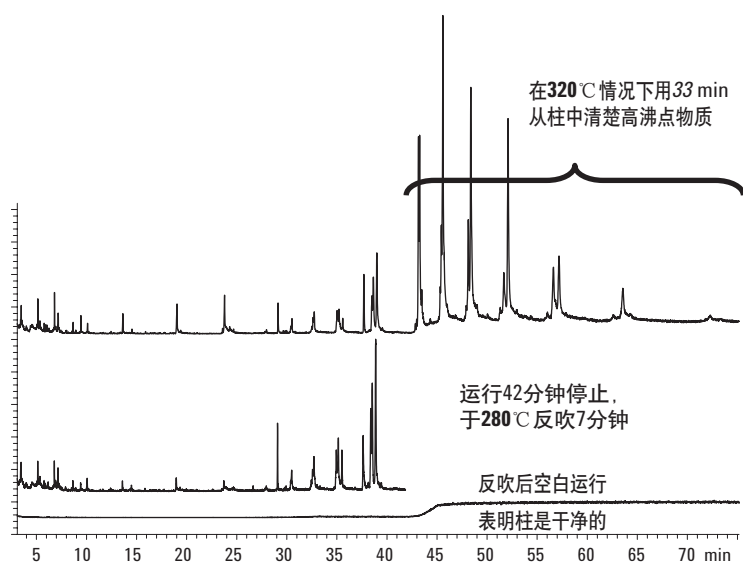


图2. 用反吹技术和不用反吹得到的3种总离子色谱图比较

参考文献

1. Chin-Kai Meng和Bruce Quimby, “农药一次进样的全扫描、SIM、 μ ECD和FPD分析”，安捷伦应用报告，5989-3299EN，2005，7。
2. Matthew Klee, “简化的反吹技术在安捷伦6890 GC后运行命令中的应用”，安捷伦应用报告，5989-5111EN，2006，6。

鸣谢：

牛奶提取液由Steven Lehotay博士从美国USDA农业研究所提取得到。

如需详细信息：

如需了解我们产品和服务更多的信息，请浏览我们的网站：

www.agilent.com/chem/cn。

安捷伦对本材料中的错误或与设备、性能或本品的使用有关的意外损坏或由此造成的损坏不负任何责任。

本出版物的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司，2006

中国印刷
2006年12月26日
5989-6018CHCN

